



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number **02117068 A**(43) Date of publication of application **01.05.90**(51) Int. Cl. **H01M 4/88**(21) Application number **63270568**(71) Applicant **TANAKA KIKINZOKU KOGYO KK**(22) Date of filing **26.10.88**(72) Inventor **HARA NORIAKI**(54) **MANUFACTURE OF GAS DIFFUSION ELECTRODE**

## (57) Abstract

**PURPOSE** To improve the electrode characteristic by attaching powder made up of catalyst supporting carbon powder and polytetrafluoroethylene (PTFE) to one side of a gas diffusion layer made up of water-repellent-treated conductive carbon paper, pressure-sticking the powder thereto under cold pressing and further hot-pressing or baking it.

**CONSTITUTION** A gas diffusion layer to be used is made by water-repellent-treating a conductive carbon paper with PTFE, and a powder made by mixing carbon powder, a powder made to support a catalyst such as platinum, etc., and PTFE is made to be dispersed in alcohol cont.

demineralized water or distilled water to produce a mixed solution. This water-repellent-treated conductive carbon paper is closely attached to the filtration face of a unit of filtration under reduced pressure by use of the alcohol cont. demineralized water or distilled water in advance, and the mixed solution is added thereto under such a condition as the paper is slightly sucked. Successively, a suction of the paper is increased and then the catalyst supporting carbon powder and PTFE powder are made to be attached to one side of the conductive carbon paper. Next, the powder are pressure-attached under a cold press condition, and further hot-pressed or baked. Thereby, it is possible to keep an electric potential stable for a long time.

COPYRIGHT (C)1990 JPO&amp;Japio

**BEST AVAILABLE COPY**

⑨ Int. Cl.<sup>3</sup>

H 01 M 4/88

識別記号

庁内整理番号

⑩ 公開 平成2年(1990)5月1日

K  
C

7623-5H  
7623-5H

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑪ 発明の名称 ガス拡散電極の製造方法

⑫ 特 願 昭63-270568

⑬ 出 願 昭63(1988)10月28日

⑭ 発 明 者 原 範 明 千葉県市川市高谷2015番地7 田中貴金属工業株式会社市川工場内

⑮ 出 願 人 田中貴金属工業株式会 東京都中央区日本橋茅場町2丁目6番6号  
社

明 細 書

1. 発明の名称

ガス拡散電極の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 排水処理された導電性カーボンペーパーから成るガス拡散層の片面に、触媒担持カーボン粉末とポリテトラフルオロエチレン粉末とアルコールを含む脱イオン水または蒸留水から成る混合溶液を攪拌下で、該排水処理された導電性カーボンペーパーを透過面に介して吸引濾過して触媒担持カーボン粉末とポリテトラフルオロエチレンとから成る粉末を付着させ、次いで冷間プレスをして圧着し、さらに熱間プレスまたは焼成することを特徴とするガス拡散電極の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、ガス拡散電極の製造方法の改良に関するものである。

(従来技術とその問題点)

従来、燃料電池等に用いられているガス拡散電

極の製法として、ロール法、ミリング法、Dryブレード法等があるが、それぞれ単位面積あたりの触媒量の調整が比較的難しく、しかも、得られた電極の初期性能および寿命が不充分である。

そこで、電極性能を向上させるための改良については盛んに行われているが、その主なものとして、触媒金属を微粒子化してできる限り均一分散させるための方法、導電性粒子の改良により触媒金属の分散性を良くし利用率を高める方法等の触媒活性および有効利用に関するもの等である。

上記の種々の研究から、ガス拡散電極の触媒層をできる限り均一にする方法が検討されているが、例えばロール法によるもので白金担持触媒を用いた電極では電極特性として、燃料電池用半電池試験の電位が720mV、@2.00mA/cm<sup>2</sup>程度で、ライフテストでは15mV/100時間程度の電圧低下が生じてしまうという欠点があり、他の方法でもほぼ同様の結果である。

(発明の目的)

本発明は、上記従来の欠点を解決するためにな

されたもので、ガス拡散電極の触媒層を均一にかつ、高い性能を持った電極を形成することで触媒の分散性を高め、電極特性を向上させるとともに、安定性のあるガス拡散電極を得る方法を提供するものである。

(問題点を解決するための手段)

本発明は、撥水処理された導電性カーボンペーパーから成るガス拡散層の片側面に、触媒担持カーボン粉末とポリテトラフルオロエチレン粉末とアルコールを含む脱イオン水または蒸留水から成る混合溶液を攪拌下で、該撥水処理された導電性カーボンペーパーを濾過面に介して吸引濾過して触媒担持カーボン粉末とポリテトラフルオロエチレンとから成る粉末を付着させ、次いで冷間プレスをして圧着し、さらに熱間プレスまたは焼成することとを特徴とするガス拡散電極の製造方法である。

以下、本発明の詳細について説明する。

ガス拡散電極のガス拡散層は導電性カーボンペーパーをテトラフルオロエチレンで撥水処理を行ったものを用い、次いで、カーボン粉末に白金等の

触媒となる金属を担持させた粉末(以下「触媒担持カーボン粉末」という。)とテトラフルオロエチレン(以下「PTFE」という。)を40~60%を混合した粉末をアルコールを含む脱イオン水または蒸留水中に攪拌して分散させ混合溶液とする。

上記の撥水処理された導電性カーボンペーパーを吸引濾過装置の濾過面にまえもってアルコールを含む脱イオン水または蒸留水を用いて密着させておき、僅かに吸引させた状態で該混合溶液を加える。

次いで、吸引量を高めて触媒担持カーボン粉末とPTFEの粉末を撥水処理された導電性カーボンペーパーの片側面に付着させる。

この間吸引中は該混合溶液を適度の速度で攪拌を続けておく。

アルコールは親水性で表面張力の小さいものがよく、メチルアルコール、エチルアルコール、プロピルアルコール等である。

また、アルコールの加える割合は脱イオン水ま

たは蒸留水に対して5%程度であることが好ましく、撥水処理された導電性カーボンペーパーを吸引濾過装置の濾過面にまえもって密着させておくために用いる、アルコールを含む脱イオン水または蒸留水も同じ割合のものがよい。

アルコールを用いる理由は、PTFE粉末の表面を僅かに親水性とし脱イオン水または蒸留水中で均一分散させるためであり、アルコールの割合が多くなるとPTFEの持つ特性が失われるばかりでなく、撥水処理された導電性カーボンペーパーの撥水性をもそこなうので好ましくない。

また、触媒担持カーボン粉末とPTFEの粉末の量は任意とする触媒層の厚みから求めればよいが、該触媒担持カーボン粉末とPTFEの粉末の量がアルコールを含む脱イオン水または蒸留水に対する割合は0.3重量%以下であることが好ましい。

次いで、触媒担持カーボン粉末とPTFEの粉末を撥水処理された導電性カーボンペーパーの片側面に付着させたものを、吸引濾過装置の吸引を止

めたのちに取り出し、まず、冷間プレスする、圧力は50kg/cm<sup>2</sup>程度で15秒間を4回行う。

該圧力と時間は触媒層の厚みにより多少の変化をさせることは言うまでもない。

上記冷間圧着させる理由は、吸引濾過により均一に触媒担持カーボン粉末とPTFEの粉末を付着させた状態を維持させて撥水処理された導電性カーボンペーパーの片側面圧着させるためである。

次いで、熱間プレスを温度350℃前後で圧力は50kg/cm<sup>2</sup>程度とし時間は5秒程度で行うことで目的とするガス拡散電極が得られる。

あるいは、不活性ガス中で、350℃前後で10分間程度焼成しても目的とするガス拡散電極が得られる。

本発明の方法によれば、電極特性として例えば白金担持触媒での結果では75.0mV、2.00mA/cm<sup>2</sup>が得られ、しかもライフテストでは5mV/1000時間という安定した電極である。

以下、本発明の実施例について記載するが、該実施例は本発明を限定するものではない。

## (実施例)

白金触媒 (80重量%) と PTFE (40重量%) の混合粉末 4.25g にエチルアルコール 2.0cc を加えて攪拌しながら蒸留水 40.0cc を加えた混合粉末溶液を攪拌し続けおき、撥水処理された導電性カーボンペーパー (50cc) を吸引濾過装置の透過面にエチルアルコール 2.0cc と蒸留水 40.0cc を混合した溶液で密着させておいたところへ、該混合粉末溶液を注入して攪拌しながら吸引して撥水処理された導電性カーボンペーパー上に付着させた。

次いで、室温で 5.0 kg/cm<sup>2</sup> の圧力で 1.5 秒間を 4 回プレスしたのち、350℃、5 kg/cm<sup>2</sup>、5 秒で熱間プレスして白金 0.5 mg/cm<sup>2</sup> のガス拡散電極を得た。

この電極を燃料電池用半電池試験をしたところ 200 mA/cm<sup>2</sup> にて、750 mV の電位が得られ、耐久試験では 5 mV / 1000 時間の変化であった。

## (従来例)

う効果があり、ガス拡散電極の利用拡大に大きく貢献するものである。

出願人 田中貴金属工業株式会社

白金触媒 (80重量%) と PTFE (40重量%) の混合粉末 8.50g にソルベントナフサ 1.5cc を加えて充分にねりあわせてローラにて 0.1mm の厚さにし、200℃で 1 時間乾燥したのち、撥水処理された導電性カーボンペーパー (50cc) 上に合わせて、350℃、5.0 kg/cm<sup>2</sup>、5 秒で熱間プレスして圧着したのち撥水処理された導電性カーボンペーパー (50cc) より出ている部分をカットして白金 0.5 mg/cm<sup>2</sup> のガス拡散電極を得た。

この電極を燃料電池用半電池試験をしたところ 200 mA/cm<sup>2</sup> にて、720 mV の電位が得られ、耐久試験では 15 mV / 1000 時間の変化であった。

## (発明の効果)

本発明は、従来の欠点を解決するために、ガス拡散電極の触媒層をアルコールを含む蒸留水を用い吸引濾過することや、冷間プレスすること等で均一なものにすることができ、電極特性の優れたガス拡散電極を得ることができ、従来法では得られなかった電位と長時間安定した電位を保つとい